

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-309785

(43)公開日 平成9年(1997)12月2日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 5 G 3/00	1 0 3	2115-4H	C 0 5 G 3/00	1 0 3
C 0 5 D 1/02		2115-4H	C 0 5 D 1/02	

審査請求 未請求 請求項の数6 F D (全 8 頁)

(21)出願番号 特願平8-153009

(22)出願日 平成8年(1996)5月24日

(71)出願人 000002071

チッソ株式会社

大阪府大阪市北区中之島3丁目6番32号

(72)発明者 内 野 正 純

熊本県水俣市築地4-315

(72)発明者 芦 原 通 之

熊本県水俣市築地5-213

(74)代理人 弁理士 出田 晴雄

(54)【発明の名称】 時限溶出型の被覆粒状肥料

(57)【要約】

【課題】 時限溶出型被覆肥料の誘導期間及び溶出期間の短縮

【解決手段】 粒状肥料芯材の表面に被覆される被膜を吸水性高分子粉末が熱可塑性樹脂基材中に分散された単層とし、該吸水性高分子を好適には無膨潤性、低膨潤性又は水溶性物質とし、好適にはそれをi-ブテン-無水不飽和ジカルボン酸等とし、好適にはその平均粒径を膜厚の1/8~1倍長とし、好適には被膜中の該高分子の含有量〔該高分子重量×100/(該高分子重量+熱可塑性樹脂重量)〕を50wt%未満とし、好適には該芯材を加里肥料とする。

【効果】 加里肥料の様な高い常温飽和蒸気圧及び低い常温対水溶解度の肥料に対しても誘導期間及び溶出期間を格段に短縮でき、被覆肥料の長期間保存後も、溶出パターン殆ど同一。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 粒状肥料芯材の表面が基材である熱可塑性樹脂中に吸水性高分子粉末が分散された単一層の被膜で被覆されており、この吸水性高分子がイソブチレン-不飽和ジカルボン酸無水物共重合体、アクリル酸-ビニルアルコール共重合体及びアクリル酸アルカリ金属塩系重合体から選ばれる1種以上の水溶性高分子で形成されたものであることを特徴とする時限溶出型の被覆粒状肥料。

【請求項2】 吸水性高分子が無膨潤性高分子、低膨潤性高分子及び水溶性高分子から選ばれる1種以上である請求項1に記載の時限溶出型の被覆粒状肥料。

【請求項3】 イソブチレン-不飽和ジカルボン酸無水物共重合体がイソブチレン-無水マレイン酸共重合体であって、その重量平均分子量 $6 \times 10^4 \sim 2 \times 10^5$ である請求項1又は2に記載の時限溶出型の被覆粒状肥料。

【請求項4】 被膜中の吸水性高分子粉末の平均粒径がその被膜の膜厚の $1/8 \sim 1$ 倍長である請求項1～3の何れかに記載の時限溶出型の被覆粒状肥料。

【請求項5】 被膜中における吸水性高分子の含有量が熱可塑性樹脂成分量と吸水性高分子成分量との合計重量に対して0.1～50重量%未満である請求項1～4の何れかに記載の時限溶出型の被覆粒状肥料。

【請求項6】 粒状肥料芯材が加里肥料である請求項1～5の何れかに記載の時限溶出型被覆粒状肥料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は施用後の所定期間は溶出せず、所定期間の経過後に溶出を開始する所謂「時限溶出型の被覆肥料」に関する。詳しくは、本発明は水溶性高分子粉末を熱可塑性樹脂に分散させた構成の単一層からなる被膜によって粒状肥料芯材の表面を被覆したことを特徴とする時限溶出型被覆粒状肥料に関する。

## 【0002】

【従来の技術とその問題点】特定の皮膜であって、施用後の特定期間内は溶出せず、その特定期間（以後「誘導期間」と表記し、溶出が開始されてから溶出が終了するまでの期間を「溶出期間」と表記する）経過後に溶出を開始する、所謂「時限溶出被膜」としては下記の記載例を挙げることができる：

◆樹脂に糖重合体を分散させた被膜は特開平6-87684号公報（特願平4-237651号）；

◆オレフィン系樹脂と水可溶或いは水膨潤性物質からなる第1層とオレフィン系樹脂からなる第2層で構成された被膜は特公平5-29634号公報（特願平1-200256号）；

◆高吸水膨潤性物質からなる第1層とオレフィン系樹脂からなる第2層で構成された被膜等は特開平4-202079号公報（特願平2-333822号）。

【0003】上記の特開平6-87684号公報に開示された被膜はその明細書の実施例からも明らかなように、尿素をはじめとする肥料成分であって、常温において比較的低い飽和蒸気圧及び水に対して大きな溶解度を示す肥料成分であれば、被膜組成の選択によっては、任意の長さの誘導期間と溶出期間とを実現できる。

【0004】これとは逆に、加里肥料のように常温において大きな飽和蒸気圧を示すと共に、水に対して低い溶解度しか示さない肥料成分を芯材としてこれを被覆した場合には、得られた被覆肥料の誘導期間及び溶出期間共に短いもの、中でも短い溶出期間型の時限溶出パターンを得ることは殆ど不可能と考えられていた。

【0005】一方、特公平5-29634号公報及び特開平4-202079号公報に記載された被膜は水膨潤性物質の種類又はその量の選択に加えて、更に第1層の水蒸気透過性を調節することによって、加里肥料であっても誘導期間及び溶出期間共に短い溶出パターンを示すものであることが開示されている。

【0006】しかしながら、特公平5-29634号公報及び特開平4-202079号公報に記載された被膜は有効な時限溶出膜ではあるが、長期保存後にはその溶出期間が変動するという点で改良の余地を残していた。

【0007】これは推測の域を出ないが、第1層が極性の大きな水膨潤性樹脂で出来ているか、若しくは該樹脂を含んだ樹脂で出来ており、その表面に透水性が小さい、極性の小さい樹脂層を形成した2層構造になっている。つまり、極性の非常に大きい樹脂層と、極性の非常に小さい樹脂層とから構成されているため、時間の経過と共に第1層と第2層の間の接着面に、剥離等の変化が生じているためではないかと考えられる。

【0008】更に、上記の様な2層構造の被膜を肥料に被覆するには、第1層の樹脂材料と、第2層の樹脂材料とを別々の層で、それぞれの条件で溶解若しくは溶融しておく必要があることから、製造設備が小型化困難な面、工程中の材料ハンドリングの面、製造コストの面等において、それ以前の単一層構造の被膜による被覆肥料よりも大きなハンディを有していることは避け難い。

## 【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明者らは上記の従来技術の問題点に鑑みて検討を重ねた結果、下記の改良技術を完成した：本発明者等は尿素肥料のように常温において低い飽和蒸気圧しか示さず、常温の水に対して大きな溶解度を示すものに対する場合に限らず、加里肥料のように常温において大きな飽和蒸気圧を示し、常温の水に対して低い溶解度しか示さない肥料成分に対しても、比較的短期間の誘導期間及び溶出期間を実現できることに加えて、長期に亘る保存の後にも溶出の変動を生じにくい時限溶出型の被覆肥料を比較的容易に形成し得る被膜組成について鋭意研究を重ねた。

【0010】その結果、本発明者等は吸水性高分子粉末

を熱可塑性樹脂に分散させた構成の被膜で粒状加里肥料の表面を被覆した被覆粒状加里肥料が極めて優れた性質を示すことを発見して本発明を完成した。

#### 【0011】

【課題を解決するための手段】本発明は以下に記載の構成1～7の各種態様によって目的を達成するものである：

(1)粒状肥料芯材の表面が基材である熱可塑性樹脂中に吸水性高分子粉末が分散された単一層の被膜で被覆されており、この吸水性高分子がイソブチレン-不飽和ジカルボン酸無水物共重合体及びポリアルキレンオキサイド変性樹脂、アクリル酸-ビニルアルコール共重合体及びアクリル酸アルカリ金属塩系重合体から選ばれる1種以上の水溶性高分子で形成されたものであることを特徴とする時限溶出型の被覆粒状肥料。

(2)吸水性高分子が無膨潤性高分子、低膨潤性高分子及び水溶性高分子から選ばれる1種以上である前記項1に記載の時限溶出型の被覆粒状肥料。

(3)イソブチレン-不飽和ジカルボン酸無水物共重合体がイソブチレン-無水マレイン酸共重合体であって、その重量平均分子量 $6 \times 10^4 \sim 2 \times 10^5$ である前記項1又は2に記載の時限溶出型の被覆粒状肥料。

(4)被膜中の吸水性高分子粉末の平均粒径がその被膜の膜厚の $1/8 \sim 1$ 倍長である前記項1～3の何れかに記載の時限溶出型の被覆粒状肥料。

(5)被膜中における吸水性高分子の含有量が熱可塑性樹脂成分量と吸水性高分子成分量との合計重量に対して $0.1 \sim 50$ 重量%未満である前記項1～4の何れかに記載の時限溶出型の被覆粒状肥料。

(6)粒状肥料芯材が加里肥料である前記項1～5の何れかに記載の時限溶出型被覆粒状肥料。

#### 【0012】

【発明の実施の形態】本発明の被覆基材として使用される熱可塑性樹脂は特に限定されず、所望の誘導期間及び溶出期間が得られる熱可塑性樹脂材料を適宜選択して用いれば十分である。しかしながら、肥料施用後の初期におけるその溶出を確実に抑制する為の被覆基材を形成する熱可塑性樹脂として好ましくは、低い水蒸気透過性のポリオレフィン(PO)及びオレフィン共重合体から選ばれる1種以上又はポリ塩化ビニリデン(PVDC)及び塩化ビニリデン共重合体から選ばれる1種以上を用いる。

【0013】更に、上記のオレフィン重合体及び共重合体(総括名「PO」)から選ばれる1種以上として具体的には、下記のもの为例示できる：

◆ポリオレフィン(PO)及びオレフィン共重合体としてはポリエチレン(PE)、ポリプロピレン(PP)、エチレン-プロピレン共重合体、エチレン-酢酸ビニル共重合体(EVA;酢酸ビニル単位含有量約50重量%以下)、エチレン-酸化炭素共重合体(ECO)、エチレン-酢酸ビニル-酸化炭素共重合体(EVACO)、エチレン

-アクリレート共重合体、エチレン-メタクリル酸共重合体及びその金属塩(アイオノマー)、熱可塑性エラストマー、ポリスチレン、ポリメチルメタアクリレート(PMMA)等を挙げることができる。

【0014】上記の各種樹脂(重合体)は単独でも2種以上の組合わせで用いられてもよく、その組合わせが被覆肥料から肥料成分を所望の溶出パターンで溶出させるものであることが好ましい。

【0015】本発明において用いられる被膜中に分散される吸水性高分子とは、水又は水蒸気との接触によってその水又は水蒸気を高度に吸収する能力を有する高分子を指す。本発明において用いられる吸水性高分子(粉末)は溶出期間中に被膜の内側で溶解された肥料成分の被膜外への溶出経路(浸出経路)としての役割を果たしている。この役割を果たす為には、この吸水性高分子が無膨潤性又は極めて低膨潤性であることが好ましい。従って、吸水性高分子の中でも水溶性樹脂が好ましい。

【0016】水溶性樹脂として好適なものは例えば、イソブチレン系重合体、アクリル酸-ビニルアルコール共重合体、アクリル酸アルカリ金属塩系重合体例えばアクリル酸ナトリウム塩系重合体及びアクリル酸カリウム塩系重合体(通称「アイオノマー」)などを挙げることができる。

【0017】上記の好適な吸水性高分子の中でも更に好適なものはイソブチレン-不飽和ジカルボン酸無水物共重合体、特に、イソブチレン-無水マレイン酸共重合体であって、その重量平均分子量通常 $6 \times 10^4 \sim 2 \times 10^5$ のものである。

【0018】被覆肥料に対して長い誘導期間を設定する為には、比較的低い吸湿性であって低膨潤性の吸水性高分子(粉末)を用いることが好ましい。この誘導期間は主に熱可塑性樹脂部の水蒸気透過性によって決定され、被膜内に分散される吸水性高分子粉末が大粒径の場合には、吸水性高分子粉末の吸湿性及び透湿性によって影響を受ける。

【0019】本発明の被覆粒状肥料作製に用いられる吸水性高分子粉末は先にも述べられているように、溶出期間中に被膜の内側で溶解された肥料成分の被膜外への浸出(しみ出し)経路の役割を果たすことから、吸水性高分子粉末として大粒径のものをを用いる場合には被膜へ少量添加で足り、小粒径のものをを用いる場合には逆に増量添加すれば良い。

【0020】上記の関係の中から、本発明の被覆粒状肥料の製造者が所望の誘導期間及び溶出期間に合わせて任意に選択すればよい。とはいえ、吸水性高分子粉末を被膜へ過剰量で添加することは被膜強度の低下及び溶出機能の維持困難を招き易い。それを回避する為には、樹脂成分と吸水性高分子粉末との合計重量に対する吸水性高分子粉末重量の割合を $0.1 \sim 50$ 重量%(wt%)未満、好ましくは $1 \sim 40$ 重量%とすることが好ましい。

【0021】また、本発明の被覆粒状肥料における被覆率（計算量の被覆に要する被覆材の重量に対する実際に用いられた被覆材の重量%）は通常3～40重量%、好ましくは5～20重量%に設定すれば、本発明の目的である誘導期調節及び溶出期間調節を双方共に所期の水準で実現することができる。

【0022】本発明の被覆肥料の「誘導期間」及び「溶出期間」は下記のように説明される。被膜を形成する樹脂の特に吸水性高分子部分を僅かに透過してきた水蒸気を粒状肥料芯材が吸収して、吸水と同時に膨潤し始める。この膨潤に起因する膨潤圧によって吸水性高分子部に亀裂が生じ、透過水蒸気を吸収して溶解されている粒状肥料芯材は吸水性高分子粉末部分を通過して溶出を開始する。ここで被膜に亀裂が生ずるまでの期間が「誘導期間」であり、吸水性高分子粉末部を通過して肥料が溶出を終了するまでの時間が「溶出期間」である。

【0023】従って、溶出期間を短縮する為には、被膜内において吸水性高分子粉末の連続相が形成されることが求められる。この場合には吸水性高分子粉末が大粒子径である方が連続相を形成し易いことから、吸水性高分子粉末の粒子径を膜厚の1/8～1倍長（膜厚と等しい長さ）に選ぶことが好ましい。

【0024】この場合の「膜厚と等長の粒子径」とは、両者が必ずしも全く同じ数値であるということではなく、吸水性高分子粉末の粒子径が膜厚よりも大きくて吸水性高分子粉末の一部分が被膜表面を突出させる場合であっても、それが被膜内に取り込まれており、薄くではあっても樹脂膜が施されている状況であれば、膜厚よりも粒子径が稍大きくても本発明の目的は達成される。

【0025】また、被膜の厚さと同程度の平均粒径の吸水性高分子粉末を用いる場合には、その粉末の頂部を覆う被膜が粉末の粒径分だけ薄くなることが与って、その部分から被膜内側への水蒸気進入が容易になる結果、誘導期間の確保（制御）が困難になることが懸念される。この場合にはポリエチレン（樹脂）、ポリプロピレン（樹脂）又はポリ塩化ビニリデン（樹脂）等の極めて低水蒸気透過性の熱可塑性樹脂を選択することが推奨される。

【0026】本発明において、誘導期間は本発明に用いられる熱可塑性樹脂の水蒸気透過性によって決定される。被膜を形成する熱可塑性樹脂として水蒸気透過性の低いものを用いるに伴って被覆肥料の誘導期間は長くなる。

【0027】一方、被覆肥料からの肥料成分の溶出期間は吸水性高分子粉末の添加量と粒径とによって殆ど決定される。即ち、吸水性高分子粉末の添加量が増大されるに伴って又はその粒径が増大するに伴って、被覆肥料の溶出期間が短縮される。本発明の被覆肥料の製造者はこの相関関係を利用した制御法によって任意の溶出期間を実現することができた。

【0028】本発明の被覆肥料は如何なる方法で得られたものであっても構わない。しかしながら、粒状肥料芯材に熱可塑性樹脂を被覆する方法としては、特公昭54-3104号公報に開示された方法が推奨される。この特許公報に開示の被覆方法は噴流状態に置かれた粒状肥料芯材に、樹脂溶液を噴霧させて被覆する方法であって、それによれば被膜中のブロッキング発生も少なく、非常に完成度の高い被膜が形成される。

【0029】本発明の粒状被覆肥料の製造に用いられる粒状肥料芯材は吸水性、好ましくは水溶性、無膨潤性又は低膨潤性であれば何れの肥料成分を含む粒状物であっても用いられ得る。本発明の被覆肥料を形成する被膜はその肥料芯材が例えば下掲の水溶性化合物の単味又はそれらの2種以上の成分を併せ含む肥料の誘導期間及び溶出期間制御に有効であり、特に塩化加里、硫酸加里等の肥料芯材に対して、尿素同様に比較的短い誘導期間と溶出期間とを実現し得る被膜として非常に有効である：

窒素肥料：硫酸（硫酸アンモニウム）、塩安（塩化アンモニウム）、硝安（硝酸アンモニウム）、尿素及び燐安（燐酸アンモニウム）；

リン酸肥料：燐安（燐酸アンモニウム）、燐加（リン酸カリウム；燐酸加里）及び燐酸石灰（リン酸カルシウム）、過燐酸石灰（過燐酸カルシウム；過石）；

加里肥料：塩加（塩化カリウム；塩化加里）、硝加（硝酸カリウム；硝酸加里）、硝酸ソーダ（硝酸ナトリウム）及び燐加（リン酸カリウム；燐酸加里）；等の窒素肥料、リン酸肥料及び加里肥料から選ばれる1種以上並びに水溶性微量要素：キレート鉄（鉄と各種錯化剤とのキレート錯体）、酸化鉄、塩化鉄、ホウ酸、ホウ砂、硫酸マンガン、塩化マンガン、硫酸亜鉛、硫酸銅、モリブデン酸ナトリウム及びモリブデン酸アンモニウム等から選ばれる1種以上。ここで、錯化剤としては例えば、エチレンジアミンテトラ酢酸ジナトリウム、8-オキシキノリン、アセチルアセトン等を挙げることができる。

【0030】更に、本発明の被覆肥料を形成する被膜においては本発明の効果を妨げない範囲であれば、被膜内にフィラー（充填剤）等を添加しても構わない。フィラーの添加によって、肥料成分の溶出速度の微調整も可能であることに加えて、低コストのフィラーを選択して用いれば、製品（被覆肥料）のコストダウンも実現できる。とはいえ、フィラーの添加が他方では被膜強度の低下を来し得ることも念頭に置いて被膜組成を決定すべきである。被膜組成によっても異なるが、フィラーの添加量は被膜重量の80%以下、好ましくは70%以下に設定することが好ましい。

【0031】無機フィラーとして用いられ得るものは粉状物質として例えば、タルク（珪酸マグネシウム）、クレイ（粘土）、ケイソウ土、陶土、二酸化珪素（シリカ）、炭酸カルシウム（石灰石又は原石石灰）、ゼオライト、金属酸化物例えば酸化マグネシウム（マグネシ

ア)、酸化アルミニウム(アルミナ)又は硫黄が挙げられ、それらの1種以上を通常は粉末状で用いる。

【0032】有機フィラーとして用いられ得るものは例えば、糖重合体及びその誘導体、穀物粉例えば小麦粉、大麦粉、デンプン、寒天末、コーンスターチ、セルロース及びその誘導体例えばカルボキシメチルセルロース(CMC)、界面活性剤例えば前記のCMC、アルキリデンジウレア類例えば、クロチリデンジウレア(2-ブテニリデンジウレア)、イソブチリデンジウレア、ポリカルボン酸ポリアミド例えばオキザマイド(シウ酸ジアミド)等であって、それらの1種以上を粉末として用いる。有機フィラーの中でも好ましいものは「薄力小麦粉」、CMC等である。

【0033】<図面に基づく説明>以下に本発明の被覆肥料粒状体の製造に用いられる装置例を図面に基づいて説明する。図1は本発明の被覆肥料の製造例において用いられた噴流カプセル化装置を示す。

【0034】図1において1は噴流塔で、その本体部である塔径250mm×高さ2000mmの円筒部とその下段部である下細りの円錐部とで形成され、円錐面の頂角は50°、円錐部の下端に接続する小径の有底管状体21とその側壁を貫通して円錐部(11d)入口付近に噴流用窒素ガス噴出用の流体ノズル4が上向きに装着され、流体ノズル4の口径は50mmである。

【0035】この噴流塔1はその左側壁下段(本発明で「上下左右前奥」等は説明の便宜上の表現である)に肥料投入口2及び噴流塔1の右側壁上端に排ガス排出口3を有すると共に、有底管状体21の下端7付近には噴流用窒素ガス(熱風)導入用の接続管22、接続管22末端の熱交換器8、その次のオリフィス流量計9及びそれ

【0036】噴流用窒素ガスはブロアー10から送られてオリフィス流量計9、熱交換器8に続く接続管22から有底管状体21下端の製品抜き出し口7付近へ送り込まれ、有底管状体21を経て噴流塔1へその下端から吹き込まれる。この噴流用窒素ガスの流量は流量計9、そのガスの温度は蒸気管路SLから供給される蒸気で昇温される熱交換機8で管理され、噴流塔1からの排気は排ガス出口3から塔外に排出される。

【0037】カプセル化処理は処理に使用される粒状肥料芯材を肥料投入口2から投入し、他方、ブロアー10からの噴流用窒素ガス(熱風)を有底管状体21経由で噴流塔1内の底部へ吹き上げて噴流塔1内で粒状肥料芯材を流動させながら、流体ノズル4から噴流塔下端域へ噴射される霧状の被覆液滴に接触させることによって行なわれる。この被覆液は被覆液タンク11から加圧ポンプ6及び接続管5経由で移送されたものである。

【0038】ブロアー10からの熱風の有底管状体21内における温度T<sub>1</sub>、噴流塔1本体下段のカプセル化段階における粒子温度T<sub>2</sub>及び噴流塔1本体上端に位置す

る排気管3からの排気温度T<sub>3</sub>はそれぞれ温度計(不図示)によって検出され得る。被覆対象の粒状肥料芯材の温度T<sub>2</sub>が所定の温度に達した時点で、被覆液タンク11から加圧ポンプ6及び移送管5を経由して供給された被覆液を噴流塔1中で流動中の粒状肥料芯材に向けて流体ノズル4から吹き付けてカプセル化する。カプセル化用の被覆液は被覆液タンク11内で攪拌されながら蒸気管路SLからの蒸気で加熱されて所定温度に維持される。

【0039】粒状肥料芯材が所定の被覆率に達した段階でブロアー10を止めると共に、被覆された粒状肥料(カプセル粒状肥料)を有底管状体21下端の製品抜き出し口7から取り出す。

【0040】

【発明の効果】本発明の被覆粒状肥料を用いれば、その被膜が吸水性高分子粉末を熱可塑性樹脂相に連続相を形成する分散状態で粒状加里肥料の表面を被覆した当該肥料の構成により、尿素のように常温において低飽和蒸気圧、大きな対水溶解度を備えた肥料成分に対する場合に限り、加里肥料のように常温で大きな飽和蒸気圧及び低対水溶解度の肥料成分に対しても、比較的短い誘導期間及び溶出期間を設定できることに加えて、溶出(パターン)に変動を来たす恐れも殆ど無しに長期に亘る保存が可能となった。

【0041】

【実施例】以下に実施例に基づいて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらによって何等制限されるものではない。

【0042】<測定試料の評価>

①保存試験

上記試作によって得られたサンプル(試料)を試験区ごとに10kgずつポリエチレン製の肥料袋に収容及び密封し、屋内に1年間放置して「保存処理サンプル」とした。

②溶出試験

保存処理サンプル及び無処理サンプル、それぞれ10gを200mlの水中に浸漬して25℃に静置する。所定期間経過後に固形肥料と水とに分けて、水中に溶出した尿素有定量分析によって求める。被覆粒状肥料には新たな水200mlを収容し、再び25℃に静置して溶出しながら所定期間経過後に同様な分析を行なう。

【0043】この操作を反復して水中に溶出した尿素及び加里の溶出量累計と日数との関係をグラフ化して溶出速度曲線を作成すれば、80%溶出率に至る日数を知ることができる。その評価結果を表1に示す。

【0044】

【実施例1】

<本発明肥料の製造例>

<<製造条件>>本製造例では下記の基本条件を維持しながらサンプルの試作を行なった。

流体ノズル：開口0.8mmフルコン型

熱風量：4m<sup>3</sup>/min

熱風温度：100±2℃

肥料の形状：6～7mmの粒状

肥料投入量：10kg

供試溶剤：パークロロエチレン

被覆液濃度：固形分5.0重量%

被覆液供給量：0.3kg/min

被膜組成及び肥料の種類：表1に示されたもの。

【0045】<製造手順>噴流塔1の側壁に設けられた粒状体導入口2から表1に記載の組成で形成された粒状肥料芯材を導入し、他方、この粒状肥料芯材を浮遊させる為の流体は有底筒状体21の下端付近に接続された移送管22、その上流側に接続された熱交換器8、その上流側に接続された流量計9を経由してその上流側に位置するブローア10から噴流塔1内へ送り込まれた。

【0046】上記の肥料芯材として尿素を選び、これに被覆される第1層被覆の組成は熱可塑性樹脂として低密度ポリエチレン〔密度0.922g/cc;MI(190℃;21.2N)7g/10min〕30重量%、フィラー（充填剤）としてタルク30重量%及び吸水性高分子としてイソブテン-無水マレイン酸共重合体（略称「ISO-1」）〔重量平均分子量170,000;商品名:イソバン-10（クラレ社製）〕粒子（平均粒径30μm）10重量%を配合したものであった。

【0047】この粒状肥料芯材を被覆する為の被覆液は被覆液タンク11から加圧ポンプ6及び移送管5経由で噴流塔1の流体ノズル4から上向きに噴射された。この噴射ノズルは噴流塔1の円錐部(11d)（下半部）内の略中心軸付近に上向きに設置された。この被覆液の温度は100℃以上に保たれるように被覆液タンク11の外側に装着された加熱ジャケットへ装入される蒸気で加熱された。

【0048】この被覆処理を上記条件で表1に記載の被覆率12%に達するまで行なった。得られた時限溶出型肥料の性能は表1に記載された通りに、その誘導期間27日及びその変動率3%並びに溶出期間19日及び変動率2%の結果を得た。

【0049】

【比較例1】実施例1における尿素及びフィラーの量をそれぞれ43重量%及び51重量%に変え、吸水性高分子をISO-1から薄力小麦粉に変え、その量を6重量%とする以外には実施例1における同一の条件で同一に操作して被覆粒状肥料を得た。その肥料性能は表1に示された通りに、その誘導期間47日及びその変動率3%並びに溶出期間41日及びその変動率2%であった。

【0050】

【実施例2】実施例1における粒状肥料芯材を硫酸加里に変えた外には、実施例1における同一の条件で同一

に操作して被覆粒状肥料を得た。その性能は表1に示された通りに、その誘導期間43日及びその変動率1%並びに溶出期間48日及びその変動率2%であった。

【0051】

【比較例2】実施例2における第1層被覆を形成する及びフィラーの量を50重量%に変え、その量を20重量%とする以外には実施例2における同一の条件で同一に操作して被覆粒状肥料を得た。その肥料性能は表1に示された通りに、その誘導期間73日及びその変動率4%並びに溶出期間176日及びその変動率3%であった。

【0052】

【実施例3】実施例2における吸水性高分子をISO-1からISO-2〔イソブテン-無水マレイン酸共重合体;重量平均分子量170,000;商品名:イソバン-10（クラレ社製）〕粒子（平均粒径60μm）に変えた以外には実施例1における同一の条件で同一に操作して被覆粒状肥料を得た。その肥料性能は表1に示された通りに、その誘導期間40日及びその変動率2%並びに溶出期間29日及びその変動率1%であった。

【0053】

【比較例3】実施例1における硫酸加里の量を20重量%及び吸水性高分子をISO-2からポリエチレンキサイドに変え、その量を20重量%とする以外には実施例1における同一の条件で同一に操作して被覆率9%まで第1層を被覆した。その表面に第2層被覆を被覆して2層被覆粒状肥料を得た。この第2層被覆は熱可塑性樹脂として低密度ポリエチレン〔密度0.922g/cc;MI(190℃;21.2N)7g/10min〕30重量%及びフィラーとしてタルク70重量%で形成されたものであり、被覆率3%になるまで被覆された。

【0054】得られた2層被覆物の肥料性能は表1に示された通りに、その誘導期間48日及びその変動率26%並びに溶出期間59日及びその変動率12%であった。

【0055】

【実施例4】実施例1における肥料芯材を塩化加里へ変え、フィラーの量を55重量%及び吸水性高分子をISO-1からISO-3〔イソブテン-無水マレイン酸共重合体;重量平均分子量170,000;商品名:イソバン-10（クラレ社製）〕粒子（平均粒径80μm）に変え、その量を15重量%とした以外には実施例1における同一の条件で同一に操作して被覆粒状肥料を得た。その肥料性能は表1に示された通りに、その誘導期間26日及びその変動率2%並びに溶出期間21日及びその変動率2%であった。

【0056】

【比較例4】肥料芯材として硫酸加里を用い、その表面に被覆される第1被覆層を形成する熱可塑性樹脂として



エチレン-無水マレイン酸共重合体のマレイミド変性体（略称「KIG」）〔商品名:KIゲル-201K-F2（クラレ社製）〕85重量%及びポリエチレングリコール〔商品名:ポリエチレングリコール20000（日本油脂社製）〕15重量%で形成された第1層被覆材料を被覆率9%に達するまで実施例1における同一条件及び同一操作で被覆した。

【0057】その表面に被覆される第2層被覆材を形成する熱可塑性樹脂として低密度ポリエチレン〔密度0.922g/cc;MI(190℃;21.2N)7g/10min〕30重量%及びフィラーとしてタルク70重量%を用い、この第2層被覆を第1層被覆の表面に被覆率3%になるまで被覆した。

$$\alpha(\%) = 100 \times (T_{I1} - T_{I0}) / T_{I0} \cdots \text{一般式(1)}$$

〔ここで、 $\alpha$ は誘導期間の変動率； $T_{I0}$ は無処理試料の誘導期間； $T_{I1}$ は保存処理試料の誘導期間をそれぞれ表す〕。

【0060】

※ ※【数2】

$$\beta(\%) = 100 \times (T_{E1} - T_{E0}) / T_{E0} \cdots \text{一般式(2)}$$

〔ここで、 $\beta$ は溶出期間の変動率； $T_{E0}$ は無処理試料の溶出期間； $T_{E1}$ は保存処理試料の溶出期間をそれぞれ表す〕。

【0061】

★ ★【表1】

表1

構成 性能 実験 番号	粒 状 肥 料 芯 材	時 限 溶 出 型 の 粒 状 被 覆 肥 料 の 構 成										時 限 溶 出 試 料 の 性 能			
		第1層被覆材の構成						第2層被覆材の構成				誘導期間		溶出期間	
		被 覆 材			被覆率	被 覆 材			被覆率	日数	変動率	日数	変動率		
		熱可塑性樹脂	フィラー	吸水性高分子		熱可塑性樹脂	フィラー								
比較例1	尿 素	PE 43	タルク 51	小波粉 6	12	—	—	—	47	3	41	2			
実施例1	尿 素	PE 30	タルク 60	ISO-1 10	12	—	—	—	27	3	19	2			
比較例2	硫酸処理	PE 30	タルク 50	小波粉 20	12	—	—	—	73	4	176	3			
実施例2	硫酸処理	PE 30	タルク 60	ISO-1 10	12	—	—	—	43	1	48	2			
比較例3	〃	PE 20	タルク 60	PEOX 20	9	PE 30	タルク 70	3	48	28	59	12			
実施例3	硫酸処理	PE 30	タルク 60	ISO-1 10	12	—	—	—	40	2	28	1			
比較例4	〃	KIG 85	PEG 15	—	9	PE 30	タルク 70	3	54	23	31	10			
実施例4	硫酸処理	PE 30	タルク 55	ISO-3 15	12	—	—	—	26	2	21	2			

表1中の各被覆材の欄に正値の数値は「重量%表示」、被覆率の数値は「重量%表示」である。

PE：低密度ポリエチレン〔密度0.922g/cc;MI(190℃;21.2N)7.0g/10min〕；

タルク：平均粒径10 $\mu$ m；

小波粉：練力粉〔粒度200mesh pass〕；

PEOX：ポリエチレンオキサイド〔 $M_w=150,000\sim400,000$ 〕；

KIG：エチレン-無水マレイン酸共重合体マレイミド変性体〔商品名:KIゲル-201K-F2（クラレ社製）〕；

PEG：ポリエチレングリコール〔商品名:ポリエチレングリコール20000（日本油脂社製）〕；

ISO-1：1-ブテン-無水マレイン酸共重合体〔 $M_w=170,000$ 〕〔平均粒径30 $\mu$ m;商品名:イソバン-10（クラレ社製）〕；

ISO-2：同 上 〔平均粒径60 $\mu$ m;商品名:イソバン-10（クラレ社製）〕；

ISO-3：同 上 〔平均粒径80 $\mu$ m;商品名:イソバン-10（クラレ社製）〕

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の被覆粒状肥料を製造する為の粒状肥料芯材を流動状態で被覆及び乾燥する装置系の模式的縦断面図である。

【符号の説明】

- 1 噴流塔
- 2 芯材粒子投入口
- 3 噴流塔からの排気口

- ☆4 被覆液の噴射ノズル
- 5 被覆液の移送管
- 6 被覆液の加圧ポンプ
- 7 被覆粒状肥料の取出し口
- 8 熱交換器
- 9 オリフィス流量計
- 10 プロアー
- ☆50 11 被覆液タンク

13

14

- 21 有底筒状体  
 22 有底筒状体下端域への接続管  
 11d 噴流塔の下半部を構成する円錐部

- T1 有底筒状体内の温度  
 T2 噴流塔本体の下端域における温度  
 T3 噴流塔本体の上段域における温度

【図1】

